اثر زمان عملیات زیر صفر عمیق روی ریزساختار و خواص کششی فولاد ابزار ۱/۲۵۴۲ *

سید ابراهیم وحدت[۱] سعید ناطق[۲] شمس الدین میردامادی تهرانی[۳]

چکیده
برای افزایش کارآیی فولاد ابزار، دو گروه از خواص شامل سختی بالا و چقرمگی بالا اهمیت دارد. سختی با چقرمگی در تقابل است. با استفاده از عملیات زیرصفرعمیق می توان برای افزایش همزمان سختی، استحکام و چقرمگی اقدام نمود. به همین منظور از ۱۲دسته نمونه فولاد ابزار 1.2542، ۹دسته به مدت ۲٤، ۳٦ و ٤٨ساعت در دمای ۱۹٦-درجه سانتیگراد قرار گرفته و سپس به مدت ۱، ۲ و ۳ساعت در دمای ۲۰۰درجه سانتیگراد برگشت شده‌اند و۳د سته دیگر به عنوان نمونه ا ستاندارد (شاهد) در نظر گرفته شده‌اند. در نهایت برای ۱۲د سته نمونه، عملیات زیرصفرعمیق مجددا تکرار شد. نتیجه آنکه برای نمونه‌ای که ۳٦ ساعت در دمای ۱۹٦- درجه سانتیگراد و ۱ ساعت در دمای ۲۰۰ درجه سانتیگراد برگشت شده بود (نمونه ۳٦۱) به طور همزمان سختی ۸/۵ درصد، استحکام کششی ۲٦/٤ درصد، استحکام تسلیم ۲۳/٤ درصد و چقرمگی کششی ۱۳/۸ درصد نسبت به نمونه استاندارد افزایش یافت.

واژه‌های کلیدی استحکام؛ چقرمگی کششی؛ سختی؛ میکروسکوپ الکترونی روبشی؛ میکروسکوپ الکترونی عبوری

Effect of Duration of Deep Cryogenic Treatment on Microstructure and T ensile properties of 1.2542 tool steel

S. E. Vahdat S. Nategh SH. Mirdamadi Tehrani

Abstract
Two groups of tool steel properties, namely high hardness and high toughness, are important for the performance of tool steels. Any increase in hardness occurs at the expense of reduced toughness. Deep cryogenic treatment may be used for increasing toughness, strength and hardness simultaneously. 12 sets of 1.2542 tool steel specimens that 9 of which have been deep cryogenically treated for 24, 36, and 48h at -196 ºC and have been tempered for 1, 2, and 3h at 200 ºC and then double deep cryogenic treatment has been done. 3 sets were selected as standard specimens (control specimens). The best results, simultaneous improvement of 13.8% in toughness, 8.5% in hardness, 26.4% in tensile strength and 23.4% in yield strength were obtained for the specimen treated at -196 ºC for 36 hours and then tempered at 200 ºC for 1 hour (specimen 361).

Key Words Hardness; Scanning Electron Microscopy; Strength; Toughness; Transmission Electron Microscopy

---

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۸/۲٤ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹٦/٦/۲۸ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱)نویسنده مسئول: استادیار، دانشکده مهندسی، واحد آیت الله آملی، دانشگاه آزاد اسلامی ، آمل، ایران.

(۲) استاد، دانشکده مهندسی، واحد علوم و تحقیقات تهران، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

(۳) استاد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

Email: e.vahdat@iauamol.ac.ir

DOI: 10.22067/ma.v0i29.41247

مقدمه

خواص مطلوب برای افزایش کارآیی فولادهای ابزار شامل سختی، استحکام و مقاومت سایشی بالا و مقاومت ضربه ای بالا بطور همزمان می‌باشد. توانایی یک فلز برای برآوردن نیازهای فوق با خواص فیزیکی و مکانیکی آن تعیین می‌شود. خواص فیزیکی و مکانیکی فلز، وابستگی زیادی به ریزساختار آن دارد.

اغلب فولادهای ابزار نسبتا دارای کربن زیاد می‌باشند. لذا عملیات حرارتی سختکاری و برگشت آنها منجر به تشکیل آستنیت باقیمانده در ریزساختار آن می‌شود. طی کار کرد قطعه بر اثر تنشهای مکانیکی وارده، آستنیت باقیمانده به مارتنزیت، استحاله می‌یابد. استحاله آستنیت باقیمانده به مارتنزیت تقریبا با ٤ درصد افزایش حجم همراه می‌باشد. بر اثر این انبساط (به مقدار ناچیزی) ابعاد تغییر می‌کند. علاوه بر آن، انبساط در زمینه سبب اعوجاج و عیوب شده که نهایتا منجر به تشکیل ترک و نهایتا کاهش عمر مفید فولاد ابزار می‌گردد.

برای حل این مشکل، روشی به نام عملیات زیرصفر ابداع شد. مکانیزم اول در این عملیات، آستنیت باقیمانده به مارتنزیت تبدیل می‌شود و در اثر این تبدیل یعنی انبساط ناشی از استحاله، چگالی تعداد نابجایی بالا می‌رود. در عملیات حرارتی برگشت، اتمهای کربن به سمت نزدیکترین نابجایی جذب می‌شوند و در نتیجه غلظت بالایی از کربن در اطراف نابجایی ایجاد می شود. به این ترتیب مکان‌های مناسبی برای تشکیل کاربید ثانویه (Secondary Carbide) در دماهای پایین برگشت، حاصل می‌شود. نتیجه این عمل، کاهش مقدار آستنیت باقیمانده و افزایش تعداد ذرات کاربید ثانویه است که مقاومت سایشی و سختی کل را بهبود می‌دهد [3-1].

مکانیزم دوم در این عملیات، بر اثر اختلاف در ضریب انبساط حرارتی فازها، نابجایی جدید بوجود می‌آید و این نابجایی جدید مکانهای مناسبی برای تشکیل کاربید ثانویه است. بطور مثال کاربیدهای اولیه (Primary Carbide) بعنوان فازی با اختلاف ضریب انبساط حرارتی با زمینه در نظر گرفته می‌شود.

مکانیزم دوم در این عملیات، بر اثر اختلاف در ضریب انبساط حرارتی فازها، نابجایی جدید بوجود می‌آید و این نابجایی جدید مکان‌های مناسبی برای تشکیل کاربید ثانویه است. بطور مثال کاربیدهای اولیه(Primary Carbide) بعنوان فازی با اختلاف ضریب انبساط حرارتی با زمینه در نظر گرفته می‌شود.

برای فولاد ابزار سردکار DIN 1.2379 (Cr8Mo2SiV) حاوی ۰/۹۸ درصد کربن، ۸/٦ دهم درصد کرم، ۲ درصد مولیبدن، ۰/۹۸ درصد سیلیسیم، و ۰/۵ درصد وانادیم و فولاد ابزار سردکار DIN 1.2363 (Cr12MoV) حاوی ۱ درصد کربن، ۱۲ درصد کرم و مقدار کمی مولیبدن و وانادیم، سختی نسبت به نمونه استانداردش، بین ۱ تا ٤ درصد زیاد شد اما چقرمگی به یک سوم افت کرد [3]. برای فولاد DIN 1.6587 (815M17) حاوی ۰/۱۷ درصد کربن، ۱/۹ درصد کرم، ۱/۰۵ درصد نیکل، ۰/۹۲ درصد منگنز و ۰/۱۱ درصد مولیبدن، استحکام نسبت به نمونه استانداردش، ۹/۳٤ درصد افت داشت و ازدیاد طول نزدیک به صفر شد [4]. برای فولاد DIN 1.6587 (18NiCrMo5) حاوی ۰/۱۸ درصد کربن، ۱/۲۵ درصد نیکل، ۰/۸ درصد کرم و ۰/۲ درصد مولیبدن، استحکام نسبت به نمونه استانداردش، تقریبا تغییری نداشت، ازدیاد طول کمتر از ۱ درصد (ناچیز) گزارش شد و سختی کل ۲/٤ RC زیاد شد [5]. برخلاف سه محقق اخیر [5-3] برای فولاد ابزار سرد کار DIN 1.2990 (Cr_8) حاوی ۱ درصد کربن، ۸/۱ درصد کرم، ۲/۱ درصد مولیبدن، ۲/۱ درصد وانادیم، ۱ درصد تنگستن و ۰/۹ درصد سیلیسیم، در عملیات زیرصفرعمیق با کاهش دمای آستنیته ، چقرمگی نسبت به عملیات مرسوم، افزایش یافت [6]. همچنین برای فولاد ابزار گرم کار DIN 1.2344 (AISI H13) حاوی ۰/۳٦ درصد کربن، ٤/۸۲ درصد کرم، ۱/۱۹ درصد مولیبدن، ۰/۹٦ درصد سیلیسیم و ۰/۸٦ درصد وانادیم، با ۸ ساعت عملیات زیرصفرعمیق و ۲ ساعت برگشت در دمای ۵٦۰ درجه سانتیگراد، چقرمگی نسبت

به عملیات مرسوم، ۲۰ درصد افزایش یافت [7]. برای فولاد مارایجینگ گروه ۲۸۰۰ مگاپاسکال حاوی ۰/۰۳۷ درصد کربن، ۱۷/۸۸ درصد نیکل، ١٤/٧٥ درصد کبالت، ٦/٦٩ درصد مولیبدن و ۱/۱ درصد تیتانیم، با عملیات سرد در دمای ۷۳-درجه سانتیگراد و برگشت در دمای ٤٧٠ تا۵۳۰ درجه سانتیگراد به مدت ٤ساعت، چقرمگی و استحکام بطور همزمان افزایش یافت [8].

مشاهده شد که به هنگام تغییر شکل، در زمینه نرم فولاد، ذرات بین فلزی بیرون کشیده می‌شوند [9]. علاوه بر آن، مشاهده شد که به هنگام سایش، در زمینه نرم فولاد DIN 1.2379 (AISI D2) حاوی ١/٥٤ درصد کربن، ۱۱/۸۸ درصد کرم، ۰/٧٦ درصد مولیبدن و ۰/۷۵ درصد وانادیم، ذرات کاربید ثانویه بیرون کشیده می‌شود حال آنکه ذرات کاربید اولیه خرد می‌شوند [10]. بنابراین ذرات کاربید ثانویه در زمینه نرم فولاد، رفتار کامپوزیتی دارند.

با توجه به مطالب اخیر [3-10]، دلیل این اختلافات چیست؟ احتمالا محققینی که کاهش چقرمگی را گزارش کردند [3-5] از شرایط عملیاتی مناسب برای ایجاد ریزساختار مناسب استفاده نکردند چون دسته نمونه‌های آنها برای انجام شرایط عملیاتی، کافی نبوده است در حالیکه محققینی که افزایش چقرمگی را گزارش کردند [6-8] اگرچه دسته نمونه های آنها کافی نبود اما بطور تصادفی (یا شاید آگاهانه چون در مقالات آنها دلیل انتخاب شرایط عملیاتی ذکر نشده بود) از شرایط عملیاتی مناسب برای این منظور استفاده کردند. لذا با این عملیات می‌توان چقرمگی، سختی و مقاومت به سایش را بطور همزمان افزایش داد. به این ترتیب یک هدف از این تحقیق، مطالعه شرایط عملیاتی و مکانیزم آن برای ایجاد ساختار مناسب برای فولاد ابزار کم آلیاژ-کربن متوسط مورد تحقیق است.

در عملیات زیرصفرعمیق فولادهای ابزار، ریز ساختار عمدتا شامل کاربیدهای اولیه و ثانویه در زمینه مارتنزیت برگشت شده است. برای فولاد ابزارDIN 1.2379 با افزایش زمان عملیات زیرصفرعمیق مقدار کاربید اولیه ثابت باقی می‌ماند در صورتیکه مقدار کاربیدهای ثانویه رو به افزایش است [1]. با توجه به اینکه با انجام عملیات زیرصفر عمیق روی فولادهای ابزار گاها خواص مکانیکی و عمدتا خواص سایشی بهبود می‌یابد بنابراین کاربیدهای اولیه نسبت به کاربیدهای ثانویه، نقش کمتری در افزایش خواص مکانیکی دارند. لذا در این تحقیق، مطالعه روی کاربیدهای ثانویه مدنظر است. به این ترتیب، مکانیزم تشکیل و رشد کاربیدهای ثانویه، نحوه تشکیل، مکان تشکیل و سرعت رشد آنها را معین می‌کند و کنترل و پیش‌بینی اندازه، مقدار و توزیع کاربیدهای ثانویه میسر شده و در نهایت ساختار و در نتیجه خواص مطلوب حاصل می‌شود.

تاکنون تمرکز زیادی روی فولادهای ابزار پرکربن و پرآلیاژ صورت گرفته است [1-10] در حالیکه مقدار عناصر آلیاژی در فولاد ابزار مورد تحقیق کم بوده و مقدار کربن در حد متوسط است. بنابراین ریزساختار از نظر کیفی و کمی تفاوت دارد. حضور عناصر کاربیدزای قوی مانند تنگستن و کروم سبب ایجاد انواع کاربید در ابعاد مختلف می‌شود. اندازه، شکل، چگالی تعداد ذرات و ترکیب شیمیایی این کاربیدها موضوع دیگر تحقیق است.

اگرچه در کتاب کلید فولاد [11] برای فولاد ابزار مورد تحقیق، کوئنچ روغن و سپس برگشت در ٤٥٠ درجه سانتیگراد (نمونه استاندارد) را توصیه نموده است اما برای ایجاد نابجایی بیشتر (مکانهای بیشتر برای سهولت تشکیل کاربید ثانویه) و در نهایت برای دستیابی به خواص مطلوب‌تر با کوئنچ در آب و سپس عملیات زیرصفرعمیق و برگشت مقایسه می‌شود.

محققین زیادی تاثیر عملیات زیرصفرعمیق را روی خواص مکانیکی شامل سختی، استحکام کششی، چقرمگی و استحکام خستگی فولادهای ابزار مطالعه نموده‌اند اما همه آنها بجز دو محقق [12 و 1]، مطالعات ریزساختاری انجام نداده‌اند. در این تحقیق، این خلا

تحقیقاتی پر می‌شود.

مواد و روش تحقیق

مواد فولاد ابزار 1.2542 (معادل AISI S1) عمدتا برای ساخت تیغه برش ورق‌های ضخیم و همچنین بعنوان پانچ قالب برش کاربرد دارد. محدوده دمای کاری آن، با دمای کاری فولادهای ابزار گرم کار و سردکار هم پوشانی دارد بنابراین جزو هر دو دسته محسوب می‌شود که اهمیت کاربردی این فولاد ابزار را دو چندان می‌کند. در حال حاضر فولاد ابزار 1.2542 در کشور تولید می‌شود. به همین دلایل از نظر کاربردی، تعیین شرایط بهینه برای بهبود خواص مکانیکی فولاد ابزار 1.2542 در شرایط اعمال نیروی ضربه اهمیت پیدا می‌کند. ترکیب شیمیایی، در جدول (۱) فهرست شده است.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی فولاد ابزار 1.2542

عنصر	درصد وزنی	عنصر	درصد وزنی	عنصر	درصد وزنی
C	0.4800	Ni	0.1280	S	0.0250
Si	0.9950	V	0.0148	Cr	1.1200
Mo	0.0281	P	0.0567	Fe	Rest
Mn	0.3360	W	1.5700		

روش تحقیق. سه گروه تحقیقاتی مجزا [14، 13، 2]، مجموعا هشت متغیر برای عملیات زیرصفرعمیق معرفی کردند که شامل زمانهای آستنیته و زیرصفرعمیق و برگشت؛ دماهای آستنیته و زیرصفر و برگشت؛ سرعتهای گرم و سرد کردن می‌باشد. در این تحقیق شش متغیر ثابت نگه داشته می‌شود و فقط دو متغیر به نام‌های زمان زیرصفرعمیق و زمان برگشت، متغیر تحقیق در نظر گرفته می‌شود. برای مطالعه ریزساختاری و خواص سختی، استحکام کششی و چقرمگی، ۱۲دسته نمونه که هر دسته شامل ۳ نمونه است استفاده شد تا برای نتیجه‌گیری مطلوب، داده‌های کافی فراهم باشد.

عملیات زیرصفرعمیق و همچنین برگشت آن با کمک دستگاه کرایوجنیک قابل برنامه‌ریزی انجام شد. این دستگاه در دانشکده مکانیک سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران طراحی و ساخته شده است [15]. فاصله زمانی بین عملیات کوئنچ (سختکاری) و عملیات زیرصفرعمیق، ۱۷ دقیقه بود که با زمان سایر محققان [1] تطابق خوبی دارد. با توجه به قابلیت این دستگاه، برگشت در خود دستگاه انجام می‌شود لذا فاصله زمانی بین گرم شدن نمونه‌ها از دمای زیرصفر و سپس دمای محیط تا دمای برگشت (۲۰۰ درجه سانتیگراد)، ۲ دقیقه بود. کدگذاری نمونه‌ها در جدول ۲ و جدول ۳ شرح داده شده است.

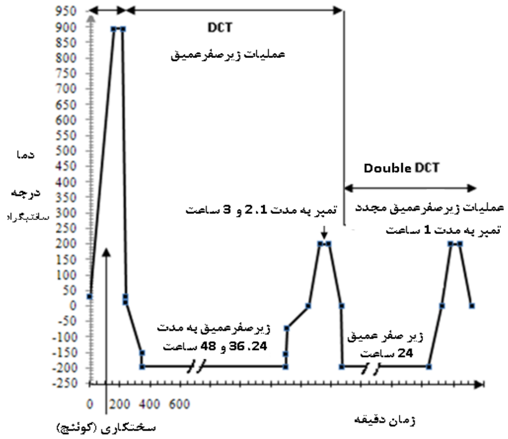
فرایند انجام کار برای بررسی ریزساختاری، سختی، خواص کششی و چقرمگی در شکل (۱) آورده شده است.

جدول ۲ معرفی کد نمونه‌ها با مراحل زیر صفر عمیق

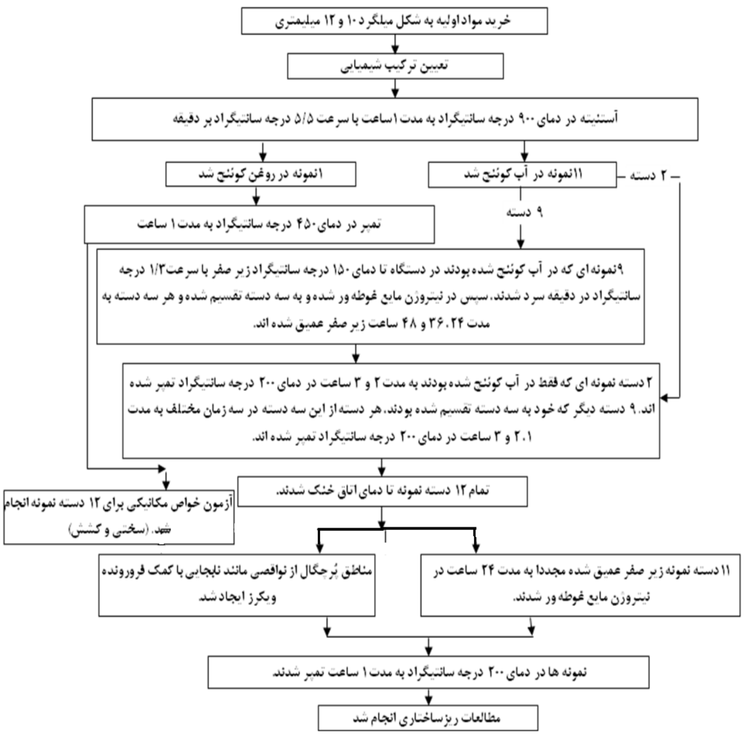
کد نمونه	خنک‌کاری	دمای زیر صفر	زمان نگهداری ساعت	دمای تپر	زمان برگشت ساعت	خنک‌کاری نهایی
002	-----	-----	-----	۲۰۰ درجه سانتیگراد با سرعت ۳ درجه در دقیقه	۲	خنک کاری تا دمای اتاق سپس عملیات زیر صفر مجدد مطابق جدول ۳
003	-----	-----	-----		۳	
241	−۱۵۰ درجه سانتیگراد با سرعت ۱/۳ درجه در دقیقه	−۱۹۶ درجه سانتیگراد	۲		۱	
242					۲	
243					۳	
361			۳۶		۱	
362					۲	
363					۳	
481			٤۸		۱	
482					۲	
483					۳	
531			٥۳		۱	

جدول۳ معرفی کد نمونه‌ها در عملیات زیر صفر مجدد

خنک کاری نهایی	زمان برگشت	دمای برگشت	زمان خنک کاری	دمای خنک کاری	خنک کاری	کد نمونه
تا دمای اتاق	۱ساعت	۲۰۰ درجه سانتیگراد با سرعت ۵ درجه بر دقیقه	۲٤ ساعت	۱۹۶- درجه سانتیگراد	غوطه‌وری مستقیم در نیتروژن مایع	002-241, 003-241, 241-241, 242-241, 243-241, 361-241, 362-241, 363-241, 481-241, 482-241, 483-241



الف) سیکل عملیات زیرصفرعمیق



ب) فلوچارت برای مطالعه خواص مکانیکی و ریزساختار

شکل ۱ روش مطالعه ریزساختار، سختی، خواص کششی و چقرمگی

نمونه‌های تست کشش مطابق استاندارد BS EN 10002-1 به شکل دمبل با قطر (d) ۵ میلیمتر، طول مبنا اولیه (L) ۵۰ میلیمتر و طول کل (Lt) ۱۵ سانتیمتر تهیه [١٦] و که در جدول ٤ ثبت شده است. آزمون کشش با نرخ کرنش ۰/۰۰۱٦٦- بر ثانیه انجام شد. تراشکاری نمونه‌ها با استفاده از دستگاه تراش CNC قبل از انجام عملیات زیرصفر عمیق انجام شد.

برای مطالعات ریزساختاری، نمونه‌ها استوانه‌ای شکل به قطر ۱۲ میلیمتر و طول ۱۵ میلیمتر بود. برای بخشی از مطالعه ریزساختاری از دستگاه تفرق اشعه ایکس Philips با هدف مس در ولتاژ ٤۰ کیلو ولت (λCu, Kα) استفاده شد. برای تهیه تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از دستگاه TESCAN MIRA II همراه با آنالیزگر طیف تفکیک انرژی استفاده شد. علاوه بر آن، از نرم افزار متالوگرافی OLYSIA m3 که برای 1536×2048 پیکسل کالیبره شده بود برای آنالیز فازی تصاویر استفاده شد. برای هر محاسبه فازی، حداقل از ۵ تصویر میکروسکپ الکترونی روبشی با بزرگنمایی ۱۰٤ از یک منطقه، استفاده و میانگین داده‌ها در جدول(۵ و ٦) گزارش شده است.

میکرو سکوپ الکترونی عبوری روبـ شی، رو شی مطمئن تر و با کیف یت تر از روش میکرو سکوپ الکترونی روبـ شی ا ست. نمونه های میکرو سکوپ الکترونی عبوری روبشی بصورت دیسکهای ۳ میلیمتری با وایرکات تهیه و تا ضخامت ۱۰۰ نانومتر پولیش دستی شد. سپس با دستگاه سنگ زنی بصورت هلالی در آمد و در آخر، با بمباران یونی بهمراه خنک‌کننده با د ستگاه Gatan PIPS، سوراخ شد.

نتایج و بحث

سختی، استحکام کششی و چقرمگی کششی نتایج آزمون کشش، سختی و ریزساختاری به ترتیب در جدول(٤، ۵ و ٦) فهرست شده است.

جدول ٤ نتایج آزمون کشش و محاسبه چقرمگی کششی

کد نمونه	استحکام تسلیم (MPa)	استحکام کششی (MPa)	ازدیاد طول بعد از شکست (%)	سختی (RC)	چقرمگی کششی $(MJ/m^3) \pm 0.65$
استاندارد	1525 ±50	1670 ±65	8.2 ±1.5	50 ±1.0	91.3
002	2006 ±50	2229 ±65	5.5 ±1.5	56.5 ±0.6	81.7
003	1938±50	2181 ±65	6.5 ±1.5	57.2 ±0.7	94.5
241	2007 ±15	2279 ±21	4.75 ±0.75	56 ±0.3	72.2
242	2019 ±23	2265 ±31	2 ±1.0	56 ±0.5	30.2
243	1869 ±49	2137 ±53	6 ±1.5	57.9 ±0.5	85.5
361	1990 ±50	2268 ±65	7 ±1.5	54.6 ±0.5	105.9
362	1945 ±50	2201 ±65	5 ±1.5	56 ±0.5	73.4
363	2003 ±50	2245 ±65	5 ±1.5	54.5 ±0.5	74.8
481	1972 ±44	2244 ±64	6.2 ±0.3	56.3 ±0.6	92.8
482	1943 ±50	2206 ±65	7.5 ±1.5	56 ±0.4	110.3
483	1996 ±18	2249 ±28	6.2 ±0.8	55 ±0.5	93.0

جدول ۵ مقدار، اندازه و چگالی تعداد ذرات کاربید اولیه و ثانویه

کد نمونه	مقدار کاربید اولیه ±50% (V%)	مقدار کاربید ثانویه ±10% (V%)	اندازه کاربید اولیه (min to max) (µm)	اندازه کاربید ثانویه (min to max) (µm)	چگالی تعداد ذرات کاربید اولیه (mm^{-2}) ±5%	چگالی تعداد ذرات کاربید ثانویه (mm^{-2}) ±2%
استاندارد	0.10	1.90	0.6 (0.4to0.9)	0.17 (0.1to0.5)	20000	320000
002	0.42	1.80	0.61 (0.3to1.5)	0.35 (0.13to0.5)	64000	200000
003	0.40	1.88	0.65 (0.3to1.5)	0.4 (0. 13to0.5)	63000	160000
241	0.42	2.18	0.52 (0.3to1)	0.22 (0.065to0.5)	62000	660000
242	0.47	2.42	0.55 (0.3to1)	0.24 (0.065to0.5)	65000	630000
243	0.37	3.73	0.70 (0.6to0.9)	0.25 (0.065to0.7)	60000	600000
361	0.57	4.69	0.65 (0.5to0.8)	0.30 (0.065to1)	64000	894000
362	0.60	6.92	0.71 (0.4to1.7)	0.32 (0.065to0.7)	63000	750000
363	0.34	8.91	0.72 (0.4to1.5)	0.33 (0.065to0.6)	62000	726000
481	0.35	10.04	0.72 (0.3to1.4)	0.44 (0.065to0.7)	65000	707000
482	0.25	12.66	0.71 (0.4to1.4)	0.45 (0.065to1)	62000	650000
483	0.24	12.87	0.73 (0.4to2)	0.46 (0.065to1)	65000	620000

جدول ٦ مقدار فاز کاربید ثالثیه

کد نمونه	مجموع مقدار کاربید ثانویه و ثالثیه V% ± 5%	مقدار کاربید ثالثیه V%±5%
002-241	2.8	1
003-241	2.8	0.92
241-241	3.1	0.92
242-241	3.2	0.78
243-241	4.4	0.67
361-241	5.3	0.61
362-241	7.4	0.48
363-241	9.3	0.39
481-241	10.3	0.26
482-241	12.9	0.24
483-241	13	0.13

نتایج آزمون کشش و چقرمگی کششی نمونه‌ها مطابق معادله ۱ [۱۷] محاسبه و در جدول (٤) فهرست شده است. UTS، استحکام کششی و ef، کرنش شکست است.

$$\text{Toughness or } U_T = 2/3 \times UTS \times e_f \quad (1)$$

در جدول ٤، برای تمام نمونه‌های زیرصفرعمیق، استحکام کششی و تسلیم تغییری نکرده و تقریبا ثابت بود. زیرا مطابق جدول (۵ و ٦)، با افزایش زمان زیر صفر عمیق یا برگشت، کاربید های ریز بسیار سخت در زمینه افزایش می‌یابد. از طرف دیگر، زمینه که از عناصر آلیاژی و کربن فقیر شده است به نسبت نرم‌تر می‌شود. تقابل تغییرات در این دو متغیر ریزساختاری، موجب ثابت ماندن استحکام کششی و تسلیم می‌شود. در حالیکه نمونه استاندارد، نسبت به نمونه‌های زیرصفر، ۳۲ تا ۳٦ درصد استحکام کششی کمتر و ۹ تا ۱۲ درصد سختی کمتری

دارد. زیرا نمونه استاندارد در روغن کوئنچ شده درحالیکه نمونه‌های زیرصفر در آب کوئنچ شده‌اند.

در جدول ٤، سختی نمونه ۲٤۲ در مقایسه با نمونه استاندارد، ۱۲ درصد افزایش یافته است. زیرا نمونه ۲٤۲ در آب کوئنچ شده است در حالیکه نمونه استاندارد در روغن کوئنچ شد بنابراین سختی بیشتری دارد. همچنین نمونه ۲٤۲ نسبت به نمونه‌های ۰۰۲ و ۰۰۳ تقریبا سختی یکسانی دارند چون هر دو در آب کوئنچ شدند.

مشابه نمونه ۲٤۳ در این تحقیق، استحکام نمونه‌های DIN 1.6587 در مقایسه با نمونه استانداردش تغییری نکرد و ازدیاد طول نمونه های زیرصفر کمتر از ۱ درصد است و سختی این نمونه ها ۲/٤ درصد افزایش نشان می‌دهد [5]. آنها فقط دو دسته نمونه داشتند که به مدت ۱ و ۲ ساعت در دمای زیرصفر عمیق، ۱۹٦- درجه سانتیگراد، قرار داده شد و سپس به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۸۰ درجه سانتیگراد برگشت شد.

در جدول ٤، نمونه‌های کوئنچ شده در آب نسبت به نمونه استاندارد حدود ۱۰ درصد سختی بیشتری دارند. مطابق همان جدول، نمونه ۲٤۳ بیشترین سختی و نمونه ۳٦۳ کمترین سختی را بخود اختصاص داد.

بر اساس جدول٤، مشخص می شود با کاهش زمان عملیات زیرصفر عمیق، مدت زمان برگشت نمونه‌ها برای دستیابی به سختی بیشتر، افزایش می‌یابد. بطور مثال برای دستیابی به سختی بیشتر نمونه هایی که ۱ ساعت برگشت می شوند ٤۸ ساعت برای عملیات زیرصفرعمیق لازم است درحالیکه برای دستیابی به سختی بیشتر نمونه هایی که ۲ ساعت برگشت می شوند تقریبا ۲٤ ساعت برای عملیات زیرصفرعمیق لازم است و بیشتر از آن فایده ای ندارد. یعنی برای دستیابی به سختی بیشتر با افزایش زمان برگشت، زمان زیرصفرعمیق کمتری لازم است. زیرا در دمای برگشت بدلیل پدیده نفوذ اتمهای کربن در کسری از فاصله اتمی به سمت نابجایی، کاربیدهای ثانویه ریز بیشتری تشکیل می شود. شاید بنظر برسد در دمای برگشت پایین مثلا ۲۰۰ درجه سانتیگراد، سرعت نفوذ اتمهای کربن قابل توجه نیست. لازم به ذکر است اگرچه سرعت نفوذ اتمهای کربن در دمای برگشت ۲۰۰ درجه سانتیگراد، کم است اما فاصله نفوذ نیز بسیار کوتاه است و لذا مطابق جدول(۵ و ٦)، نانو ذرات کاربید ثانویه پدید می‌آید.

در جدول (٤)، برای دستیابی به سختی بیشتر با افزایش زمان زیرصفرعمیق، زمان لازم برای برگشت نمونه ها کاهش پیدا می کند. بطور مثال برای دستیابی به سختی بیشتر نمونه هایی که ۲٤ ساعت زیرصفرعمیق می شوند ۳ ساعت زمان برای عملیات برگشت لازم است درحالیکه برای دستیابی به سختی بیشتر نمونه‌هایی که ۳٦ ساعت زیرصفرعمیق می شوند ۲ ساعت زمان برای عملیات برگشت لازم است و برای دستیابی به سختی بیشتر نمونه هایی که ٤۸ ساعت زیرصفرعمیق می شوند ۱ ساعت زمان برای عملیات برگشت لازم است. زیرا با افزایش زمان زیرصفرعمیق تعداد اتمهای کربنی که منجر به آرایش نابجایی شدند افزایش می یابد و لذا مدت زمان لازم برای برگشت کاهش می‌یابد. بنابراین برای دستیابی به سختی بیشتر به‌منظور افزایش سرعت تولید و یا کاهش زمان تولید هر محصول بهتر است زمان برگشت زیاد شود تا زمان لازم برای تولید کاهش یابد.

در مرجع [10] برای فولاد ابزار DIN 1.2379 چقرمگی شکست نمونه‌های زیرصفرعمیق نسبت به نمونه با عملیات متداول حدود ۷ درصد کاهش می‌یابد. در حالیکه در تحقیق حاضر، در جدول ٤ یا معادله ۱ برای نمونه های ۳٦۱ و ٤۸۲، ۱۲ تا ۳۵ درصد افزایش چقرمگی کششی مشاهده می شود. دلیل این تفاوت بر دو دلیل استوار است. اولا فولاد ابزار DIN 1.2379 یک فولاد ابزار پر آلیاژ و پر کربن است. در حالیکه فولاد مورد تحقیق کم آلیاژ و متوسط کربن است. این تفاوت منجر به تفاوت زیادی در ریزساختار این دو آلیاژ یعنی مقدار و اندازه ذرات کاربید و آستنیت باقیمانده می‌شود. مقدار و اندازه ذرات کاربید ثانویه در نهایت روی سطح موثر آنها اثر می‌گذارد. ثانیا آنها [10] چقرمگی شکست را مطالعه

کردند درحالیکه در این تحقیق مدول چقرمگی (چقرمگی کششی) مطابق معادله ۱ مطالعه شده است.

یافته‌های سه محقق [8-6] در تطابق با یافته این تحقیق برای شرایط عملیاتی نمونه‌های ۳۶۱ و ۴۸۲ است. زیرا نمونه‌های ۳۶۱ و ۴۸۲ مطابق معادله۱، نسبت به نمونه استاندارد و نمونه‌های ۰۰۲ و ۰۰۳، ۱۲ تا ۳۵ درصد چقرمگی کششی بیشتری دارند.

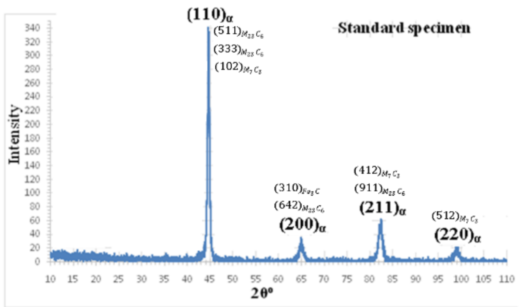
برای دستیابی به چقرمگی کششی بیشتر با افزایش زمان زیر صفر عمیق، زمان برگشت نیز افزایش یافت. به عبارت دیگر، با ۳۶ ساعت زیرصفرعمیق به ۱ ساعت برگشت نیاز بود تا چقرمگی کششی افزایش یابد و همچنین با ۴۸ ساعت زیرصفرعمیق به ۲ ساعت برگشت نیاز بود. زیرا تنش های باقیمانده بعد از عملیات زیرصفر عمیق نسبت به عملیات مرسوم، بیشتر کاهش می یابد. به عبارت دیگر زمان زیرصفرعمیق بیشتر، نابجایی بیشتری تولید می کند و نابجایی بیشتر، مطابق جدول(۵ و ۶)، نیازمند زمان بیشتر برای تولید نانو ذرات کاربید ثانویه هستند.

ریزساختار. دمای شروع تشکیل مارتنزیت ۲۷۴/۶ درجه سانتیگراد و دمای پایان آن ۵۹/۶ درجه سانتیگراد است. زیرا با توجه به نوع و مقدار عناصر آلیاژی فولاد مورد تحقیق دمای شروع و پایان استحاله مارتنزیتی از معادله ۲ و ۳ (Payson and Savage) بدست می‌آید [18].

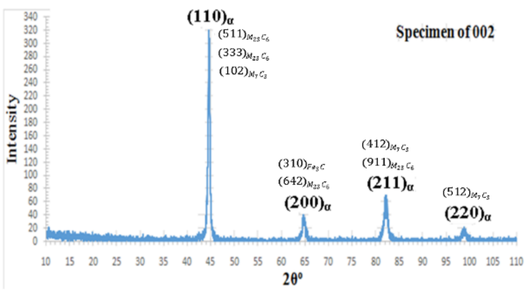
$$M_s(^{o}C) = 498.9 - (316.7\times C\%) - (33.3\times Mn\%) - (27.8\times Cr\%) - (16.7\times Ni\% - 11.1\times(Si+Mo+W)) \quad (۲)$$

$$M_f(^{o}C) = M_s(^{o}C) - 215 \quad (۳)$$

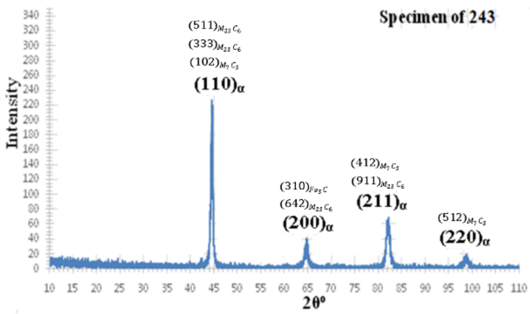
بنابراین در دمای ۱۹۶- درجه سانتیگراد بایستی آستنیت باقیمانده کاملا به مارتنزیت تبدیل شود. در شکل (۲) با استفاده از دستگاه تفرق اشعه ایکس Philips با هدف مس در ولتاژ ۴۰ کیلو ولت (λ_{Cu}, K_{α}) از نمونه های استاندارد، ۰۰۲، ۲۴۳ و ۴۸۳ مشاهده شد که در هیچ یک از نمونه‌ها، آستنیت باقیمانده وجود ندارد.



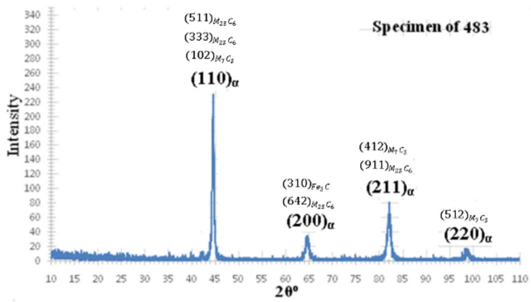
(الف)



(ب)



(پ)

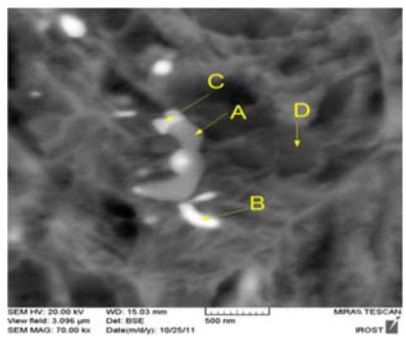


(ت)

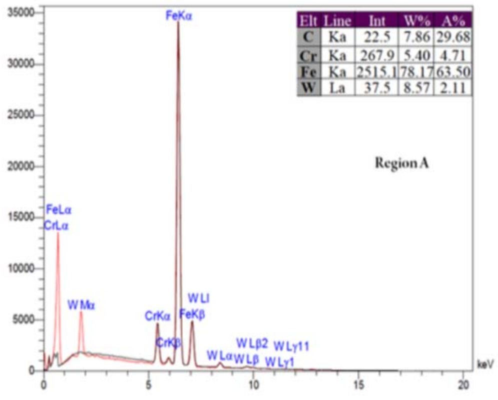
شکل۲ تفرق اشعه مس کا آلفا برای نمونه‌های (الف) استاندارد (ب) ۰۰۲ (پ) ۲۴۳ (ت) ۴۸۳

تشـــکیل کاربیدهایی با ترکیب شـــیمیایی M_7C_3 و $M_{23}C_6$ در طی عملیات زیرصـــفرعمیق توســـط محققین زیادی گزارش شـــده اســـت [6-10] اما هیچگاه بروش طیف ســنجی تفکیک انرژی مورد مطالعه قرار نگرفتند. شـــکل(۳ – الف) در تصـــویر میکروســـکوپ الکترونی روبشـــی کاربیدهای روشـــن و تیره با حروف انگلیســـی A,B,C و زمینه با حرف انگلیسی D مشخص شده‌اند. شکل‌های (۳ ب و ۳ پ و ۳ ت) نمودار طیف تفکیک انرژی این کاربیدها به ترتیب مشخص می‌شود.

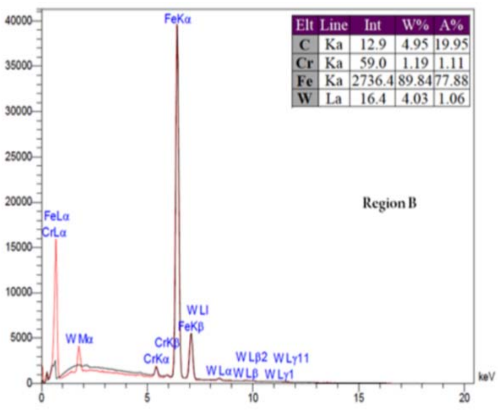
کاربیدهای اولیه نسبت به کاربیدهای ثانویه کربن بیشتری دارند زیرا وقتی کاربید اولیه تشکیل می‌شود زمینه غنی از کربن است. وقتی کاربید اولیه تشکیل شد مقداری از کربن زمینه را مصرف می‌کند لذا برای کاربید ثانویه، کربن کمتری باقی می‌ماند. بنابراین منطقه B که کربن کمتری دارد کاربید ثانویه با ترکیب شیمیایی $M_{23}C_6$ است زیرا مقدار کربن در این ترکیب از نظر تئوری برابر است با ۲۰/۶۹ درصد اتمی $(6/(23+6)\times100=20.69\ A\%)$ که با نتیجه ارایه شده از طیف تفکیک انرژی این منطقه در شکل(۳ – پ) یعنی ۱۹/۹۵ درصد اتمی بسیار نزدیک است. از طرف دیگر مناطق A,C که کربن بیشتری دارد کاربید اولیه با ترکیب شیمیایی M_7C_3 است زیرا مقدار کربن در این ترکیب از نظر تئوری برابر است با ۳۰ درصد اتمی $(3/(3+7)\times100=30\ A\%)$ که با نتیجه ارایه شده از طیف تفکیک انرژی این منطقه در شکل‌های(۳ ب و ۳ ت) یعنی ۲۹/۶۸ و ۳۱/۲۳ درصد اتمی نزدیک است.



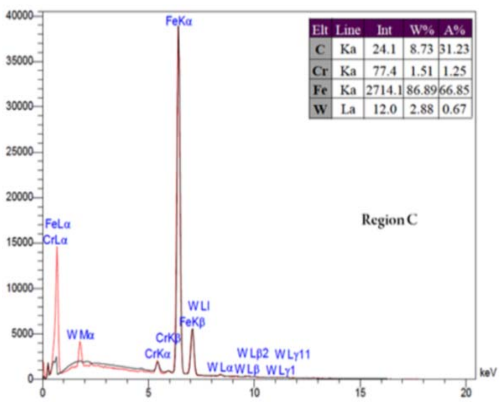
الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ×۷۰۰۰۰



ب) نمودار طیف تفکیک انرژی از منطقه A



پ) نمودار طیف تفکیک انرژی از منطقه B



ت) نمودار طیف تفکیک انرژی از منطقه C

شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از فازهای مختلف

عدد اتمی هر ذره از مجموع حاصـلضـرب درصـد اتمی عنصر تشکیل دهنده ذره (شکلهای ۳ ب و پ و ت) در عدد اتمی آن عنصر [19] بصورت یک به یک بدست می‌آید. به این ترتیب، در شکل(۳– الف)، ذرات

غنی از عناصر با عدد اتمی بیشتر، روشن‌تر هستند زیرا ذرات روشن یعنی ناحیه B، دارای عدد اتمی تقریبا $(19.95\times6+1.11\times24+77.88\times26+1.06\times74)/100=22.5$ بیشتر حاوی تنگستن و آهن و کمتر حاوی کروم و کربن است. ذرات غنی از عناصر با عدد اتمی کمتر، تیره‌تر هستند زیرا ذرات تیره‌تر یعنی نواحی A,C، به ترتیب دارای عدد اتمی تقریبا $(29.68\times6+4.71\times24+63.50\times26+2.11\times74)/100=21$ وتقریبا $(31.23\times6+1.25\times24+66.85\times26+0.67\times74)/100=20$ بیشتر حاوی کروم و کربن و کمتر حاوی آهن و تنگستن است.

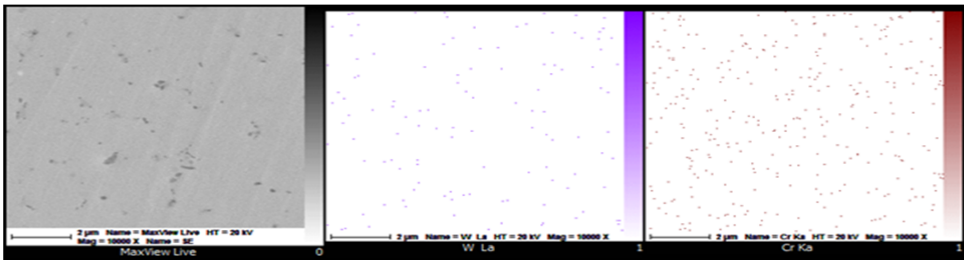
در شکل (٤) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نقشه پراکندگی اتمهای کروم، تنگستن و سیلیسیم در یک ناحیه به نمایش گذا شته شده ا ست که موید توزیع یکنواخت کاربیدها است.

تعداد مول یک عنصر از تقسیم مقدار عنصر (بر حسب گرم) بر جرم ملکولی عنصر [19] (بر حسب گرم بر مول) بدست می آید. لذا در ۱۰۰ گرم از آلیاژ مورد تحقیق مطابق جدول(۱)، ۰/۰۰۸۵٤ مول اتم تنگستن، ۰/۰۳۵۷۱ مول اتم سیلیسیم و ۰/۰۲۱۵٤ مول اتم کروم وجود دارد. در یک مساحت مشخص، تعداد اتمها با فاصله آنها از همدیگر رابطه عکس دارد. به عبارت دیگر، فاصله اتمهای تنگستن نسبت به کروم برابر است با نسبت تعداد اتمهای کروم به تعداد اتمهای تنگستن یعنی ۲/۵۲ (=۰/۰۰۸۵٤ ÷۰/۰۲۱۵٤). همچنین، فاصله اتمهای تنگستن نسبت به سیلیسیم برابر است با نسبت تعداد اتمهای سیلیسیم به تعداد اتمهای تنگستن یعنی ٤/۱۸ (=۰/۰۰۸۵٤÷۰/۰۳۵۷۱). لذا پراکندگی اتمهای تنگستن نسبت به کروم ۲/۵۲ برابر و نسبت به سیلیسیم ٤/۱۸ برابر است.

در جدول (۵)، میانگین مقدار کاربید اولیه برای نمونه های زیرصفرشده ثابت و برابر با ۰/٤+۰/۲ درصد حجمی است (زیرا برای یک آلیاژ مشخص، فقط شرایط آستنیته کردن در تشکیل کاربید اولیه دخیل است که در این تحقیق شرایط آستنیته کردن ثابت در نظر گرفته شد) درحالیکه با افزایش زمان زیرصفرعمیق یا زمان برگشت، مقدار کاربید ثانویه از ۱/۹ تا ۱۲/۸۷ درصد حجمی دائما رو به افزایش است.

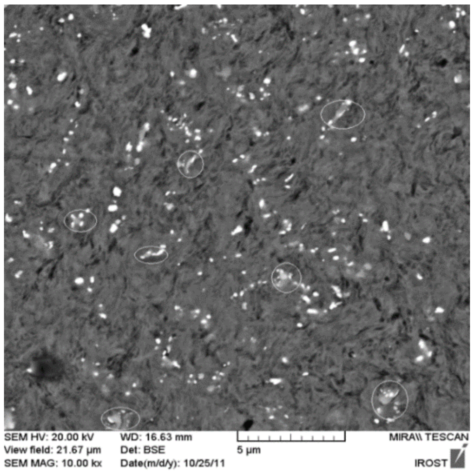
در جدول (۵)، افزایش مقدار کاربید ثانویه با تغییر زمان زیرصفرعمیق (میانگین ۵۰۰ درصد) نسبت به تغییر زمان برگشت (میانگین ۵۰ درصد)، سرعت بسیار بیشتری دارد. زیرا عامل اصلی تشکیل کاربید ثانویه، افزایش چگالی تعداد نابجایی است که بهنگام قرارگیری در دمای زیرصفر عمیق رخ می‌دهد [22-20، 3]. از طرف دیگر، مقدار کاربید ثانویه در نمونه‌های ۰۰۲ و ۰۰۳ تقریبا ثابت است زیرا بدون انجام عملیات زیرصفرعمیق شرایط برای تشکیل کاربید ثانویه مهیا نمی‌شود.

به‌منظور صحه‌گذاری فرضیه دوم مکانیزم رسوب‌گذاری کاربید ثانویه، نمونه‌هایی که پس از زیرصفر شدن، آستنیت باقیمانده در آنها حذف شد اما حاوی ذرات کاربید اولیه (M_7C_3) و ثانویه($M_{23}C_6$) بودند در دمای ۱۹٦- درجه سانتیگراد به مدت ٢٤ ساعت مجددا زیرصفر شده و سپس در دمای۲۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱ ساعت برگشت شده‌اند.

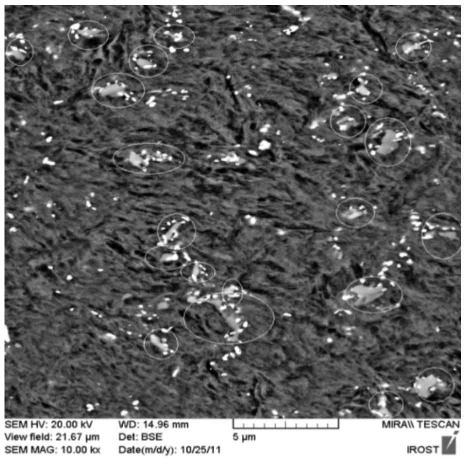


شکل ٤ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نقشه پراکندگی اتمهای کروم و تنگستن در نمونه ۲٤۱

در شکل (۵) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی با اشعه الکترون برگشتی نمونه‌ها نمایش داده شده است. در نمونه‌ها مقدار زیادی ذرات کاربید ثالثیه (Tertiary Carbide) با ترکیب $M_{23}C_6$ (ذرات سفید) در اطراف ذرات کاربید اولیه (ذرات کدر) و شاید کاربید ثانویه قبلی، تشکیل شد. با تلفیق این مطلب و با توجه به این نکته که مقدار ذرات کاربید $M_{23}C_6$ با عملیات زیرصفر مجدد، افزایش یافته است (جدول ۵ و جدول ٦) فرضیه دوم مکانیزم رسوبگذاری کاربید ثانویه صحه‌گذاری می‌شود.



الف) نمونه۲٤۱–۲٤۱



ب) نمونه ۲٤۱–۳٦۲

شکل ۵ نمایش کاربیدهای اولیه (خاکستری) و کاربیدهای ثانویه و ثالثیه (سفید رنگ) در اطراف آن

کاربیدهای ثالثیه با همان ترکیب کاربید ثانویه تشکیل شده و در جدول‌های(۵ و ٦)، مقدار آن از تفاضل مقدار کاربید ثانویه قبل و بعد از عملیات زیر صفر مجدد بد ست می‌آید. با افزایش زمان زیر صفر، مقدار کاربید ثانویه بیشتر می شود. لذا زمینه از عناصر آلیاژی و کربن، فقیرتر می شود. بنابراین در عملیات زیر صفر مجدد، تشکیل کاربید ثالثیه مشکلتر می شود. این مطلب به وضوح در جدول ۵ و جدول ٦ به نمایش گذاشته شده است. یعنی قبل و بعد از عملیات زیرصفر مجدد با افزایش زمان زیرصفر، مقدار کاربید ثالثیه کاهش می‌یابد.

در جدول (۵)، چگالی تعداد ذرات کاربید اولیه و ثانویه ترسیم شده است. چگالی تعداد ذرات کاربید اولیه تقریبا ثابت و میانگین آن برابر با ٦٤۰۰۰ ذره در هر میلیمتر مربع است. این مطلب بویژه در مورد نمونه‌هایی که ۳٦ و ٤۸ ساعت زیر صفرعمیق شده اند صدق می‌کند.

در جدول(۵)، چگالی تعداد ذرات کاربید ثانویه با ۳٦ ساعت زیرصفرعمیق به حداکثر می‌رسد. بعلاوه، با ۱ ساعت برگشت بیشترین چگالی تعداد ذرات کاربید ثانویه حاصل شد. توجیه علمی این مطلب بر اساس دو مکانیزم ارایه شده، بصورت زیر است.

برای مکانیزم اول [22-20، 3]، وقتی زمان برگشت ثابت است با افزایش زمان زیر صفر عمیق، حجم مارتنزیت کاهش پیدا می‌کند و شبکه آن منقبض می‌شود بهمین دلیل کربن خارج شده و در کنار نزدیکترین نابجایی آرایش می یابد. با افزایش زمان زیرصفرعمیق، منطقه آرایش یافته گسترش می‌یابد با هم تلاقی می‌نماید و لذا ذرات کاربید ثانویه بزرگتر می‌شوند. برای مکانیزم دوم، با افزایش زمان زیرصفرعمیق، بدلیل اختلاف در انقباض فازها، چگالی تعداد نابجایی افزایش می‌یابد. با افزایش چگالی تعداد نابجایی، منطقه‌ای که در آن چگالی تعداد نابجایی زیاد شده است گسترش یافته و ذرات بزرگتر می‌شوند. تا زمانیکه این مناطق در حال گسترش با هم برخورد نکنند مقدار ذرات کاربید ثانویه و چگالی

تعداد آنها و اندازه آنها زیاد می‌شود (این حالت تا ۳٦ ساعت زیرصفرعمیق وجود دارد) اما پس از برخورد (شکل ٦)، مقدار و اندازه ذرات کاربید ثانویه زیاد شده اما از چگالی تعداد آنها کاسته می‌گردد (این حالت در ٤٨ ساعت زیرصفر رخ می‌دهد).

شکل ٦ الف نمونه ٥٣١ را که ٥٣ ساعت زیرصفر و ١ ساعت برگشت شده را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که حداقل ٣ ذره با هم تلاقی کرده‌اند. شکل(٦) ب نمونه ٤٨٣ را نشان می‌دهد. در این شکل تعدادی از ذرات کاربید ثانویه با هم تلاقی کرده‌اند و در برخی مکان‌ها در حال تلاقی هستند. لذا چگالی تعداد ذرات آنها کاهش یافت.

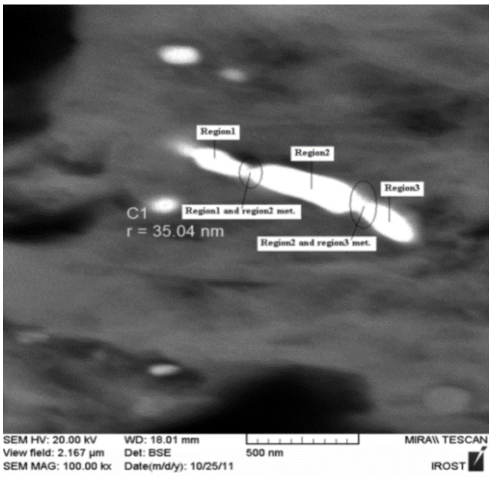
در جدول (٥)، با افزایش زمان زیرصفرعمیق، اندازه ذرات کاربید ثانویه نسبتا بیشتر (میانگین ٩٠ درصد) افزایش می‌یابد. زیرا عامل اصلی تشکیل کاربید، افزایش چگالی تعداد نابجایی است که بهنگام قرارگیری در دمای زیرصفرعمیق رخ می‌دهد درحالیکه در زمان برگشت، سرعت نفوذ بسیار کم می‌باشد زیرا دمای برگشت پایین است. علاوه بر آن، مناطق اطراف کاربید اولیه نسبتا فقیر از عناصر آلیاژی و کربن هستند زیرا ذرات کاربید اولیه نسبتا کربن زیاد دارند و به نسبت از ذرات کاربید ثانویه بزرگتر هستند.

در جدول ٥، با افزایش زمان برگشت، اندازه ذرات کاربید ثانویه بطور جزئی (١٠درصد) افزایش می‌یابد. وقتی تعداد ذرات کاربید ثانویه در واحد حجم خیلی زیاد شد فاصله ذرات از هم کم می‌شود به این ترتیب پیوستن ذرات کاربید ثانویه بر اثر نفوذ ممکن می‌شود که در نتیجه چگالی تعداد ذرات کاربید ثانویه مقداری کمتر می‌شود و اندازه ذرات کاربید ثانویه مقدار ناچیزی بزرگتر می‌شود.

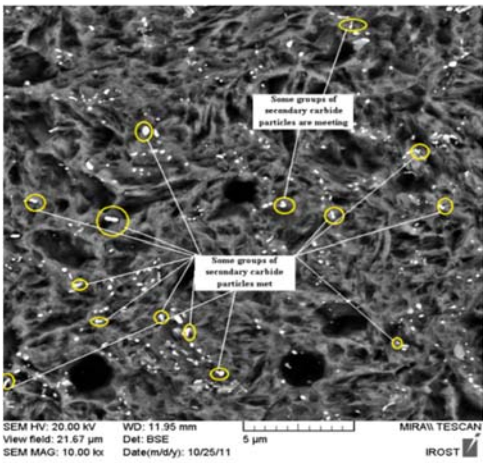
یافته فوق در جدول(٥) با استفاده از رابطه(٤)، نیز قابل پیش‌بینی است [23].

$$dr/dt \propto k/r^2 \qquad (٤)$$

بطوریکه r شعاع ذرات، k عددی ثابت (برای ذره مشخص و در دمای ثابت) و t زمان است. بنابراین نانو ذرات بسیار ریز کاربید ثانویه، در ابتدا بسیار سریع رشد می‌کنند و ذرات زیرمیکرون نسبتا بزرگتر کاربید ثانویه، نسبتا سرعت رشد کمتری دارند.



الف) نمونه ٥٣١، سه ذره تلاقی کرده‌اند



ب) نمونه ٤٨٣، ذرات تلاقی می‌کنند

شکل ٦ نمایش تداخل مناطق گسترش یافته

با مقایسه مشخصات ذرات کاربید ثانویه در نمونه ٣٦١ با نمونه‌های زیرصفرنشده (مانند ٠٠٢ یا ٠٠٣ یا استاندارد) در می یابیم که مقدار ذرات کاربید ثانویه در نمونه ٣٦١ حداقل ١٢٥ درصد و چگالی تعداد این ذرات حداقل ٣٥٠ درصد افزایش یافت با توجه به کاهش حداقل ٣٠ درصدی میانگین اندازه ذرات، با قاطعیت نتیجه گرفته می‌شود که عملیات زیرصفر عمیق، کاربیدهای ثانویه را هموژن‌تر نموده است.

در جدول (٥)، اندازه ذرات کاربید اولیه در تمام ١٢ دسته نمونه تقریبا ثابت است. از طرف دیگر، در جدول ٥، چگالی تعداد ذرات کاربید اولیه در نمونه استاندارد،

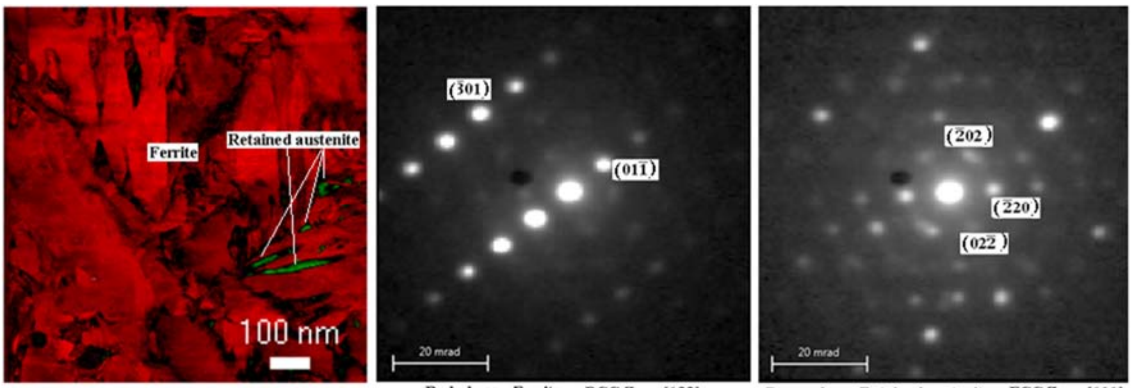
تقریبا نصف آن در سایر نمونه‌ها است. بنابراین مقدار آن در نمونه استاندارد باید نصف مقدار آن در سایر نمونه‌ها باشد. این مطلب در جدول (۵) (به مقدار ۰/۱۰ درصد حجمی) صحه‌گذاری می‌شود.

در جدول(۵)، اندازه ذرات کاربید ثانویه در نمونه استاندارد کوچکتر از (تقریبا نصف) نمونه‌های ۰۰۲ و ۰۰۳ است. در جدول(۵)، چگالی تعداد ذرات کاربید ثانویه در نمونه استاندارد، بیشتر از (تقریبا دو برابر) نمونه‌های ۰۰۲ و ۰۰۳ و کمتر از نمونه‌های زیرصفر شده است. بهمین دلیل می‌توان پیش‌بینی کرد که مقدار این ذرات در نمونه استاندارد و نمونه‌های ۰۰۲ و ۰۰۳ تقریبا یکسان باشد. این مطلب در جدول (۵) (به مقدار ۱/۹ درصد حجمی) صحه‌گذاری می‌شود.

در این تحقیق با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری در دانشگاه ایالت آریزونای آمریکا JEOL ARM Atomic Resolution Microscope در ولتاژ ۲۰۰ کیلوولت با نرم افزار "AppFive "Topspin از نمونه ٤٨٣ تحلیل تفرق دقیق انجام شد. برای نمونه ٤٨٣، در شکل(۷ – الف)، با مطالعات دقیقتری که توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی با اسکن حداقل ۱۰۰۰ دانه و حدود ۹۷۰۰۰ تفرق اشعه الکترونی انجام شد مقادیر ناچیزی (کمتر از ۰/۲ درصد حجمی یعنی $(\approx 2000nm^2 \div \approx 1000000nm^2 = 0.2V\%)$ آستنیت باقیمانده به رنگ سبز به شکل تیغه ای به طول حداکثر ۱۳۰ نانومتر و به ضخامت حداکثر ۱۰ نانومتر یافت شد. مطابق شکل(۷ – ب)، هسته ۵۰ نانویی ذره کاربید آهن کروی شکل و در شکل(۷ – پ)، ذرات زیرمیکرونی کاربید با ترکیب M_7C_3 تقریبا به شکل کروی می‌باشد.

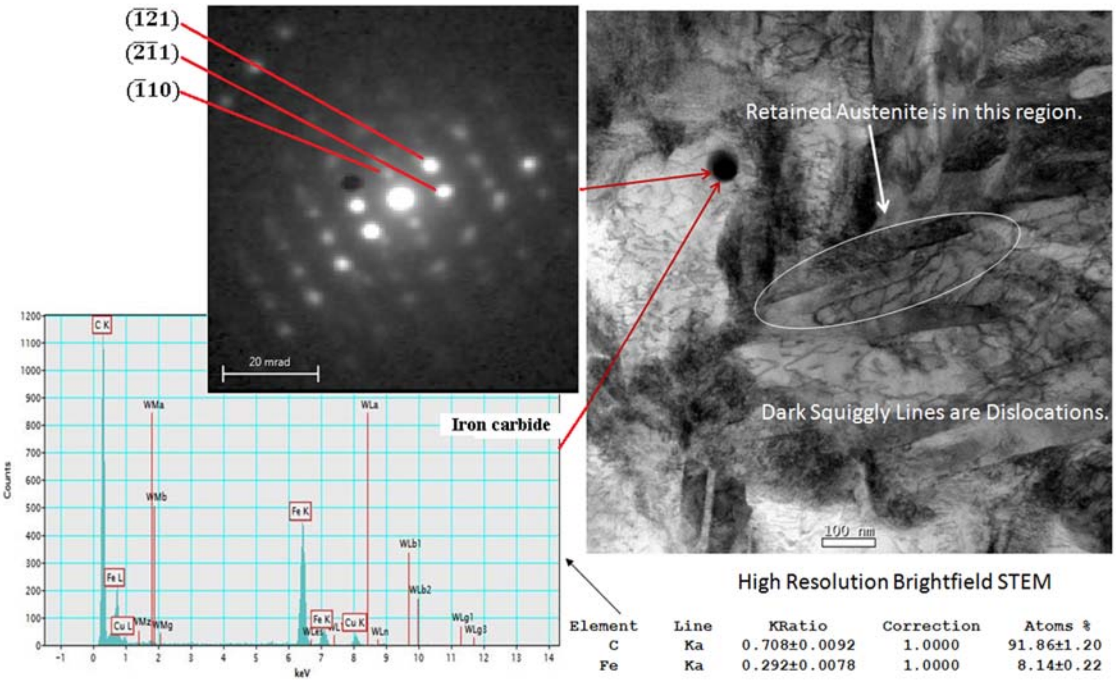
در شکل(۷ – ت)، نقشه پراکندگی فازها با کمک میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی در سطحی به اندازه تقریبی ۸۰۰۰۰ نانومتر مربع آورده شده است. در این نقشه، کاربیدهای M_7C_3، $M_{23}C_6$، Fe_3C، Cr_3C_2 و M_6C (با فلش کج) شناسایی شده است. بعلاوه، آستنیت باقیمانده (با فلش توخالی) و زمینه نیز به نمایش گذاشته شده است. به این ترتیب کاربیدهایی که در میکروسکپ الکترونی روبشی شناسایی نشد (کاربیدهای Fe_3C، Cr_3C_2 و M_6C) در میکروسکپ الکترونی عبوری روبشی شناسایی شد.

در شکل(۷ – ت) حضور کاربیدهای ثانویه $(M_{23}C_6)$ و سمنتیت (Fe_3C) در اطراف کاربیدهای اولیه (M_7C_3) با کمک فلش مستقیم (⟶) به وضوح نشان داده می‌شود. بنابراین، این تصویر، درستی فرضیه مکانیزم دوم رسوب‌گذاری کاربید ثانویه را تقویت می‌کند.

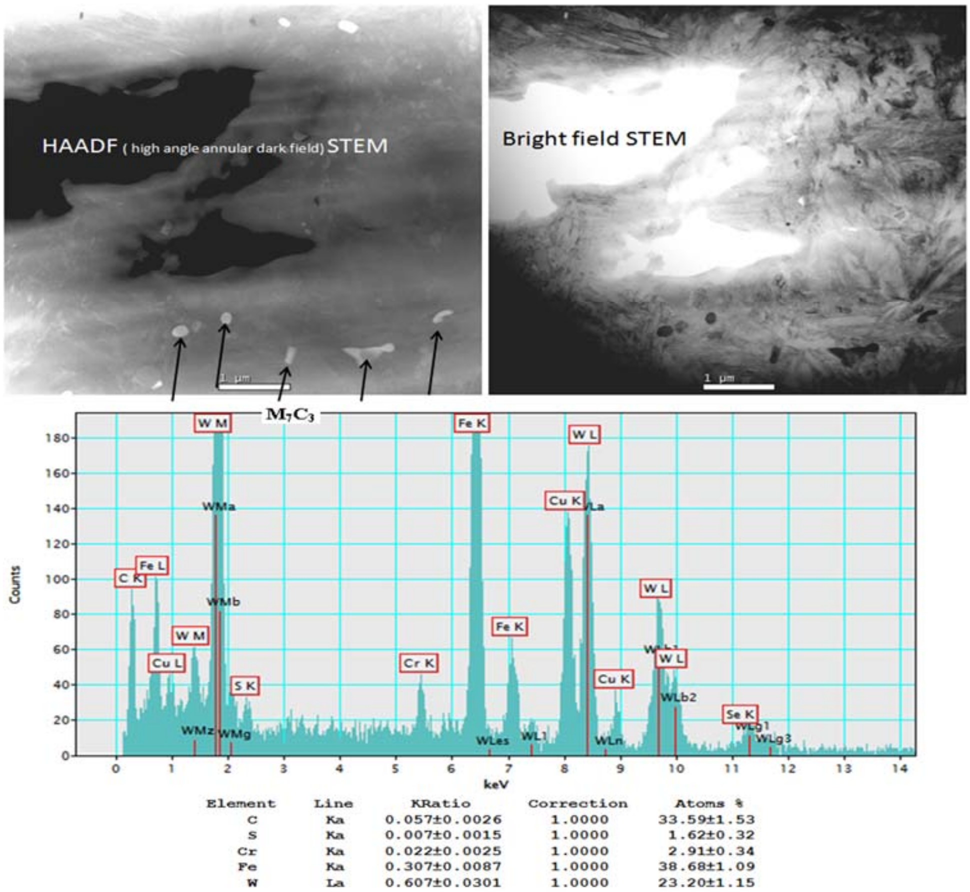


Red phase, Ferrite, BCC Zone [133]   Green phase, Retained austenite, FCC Zone [111]

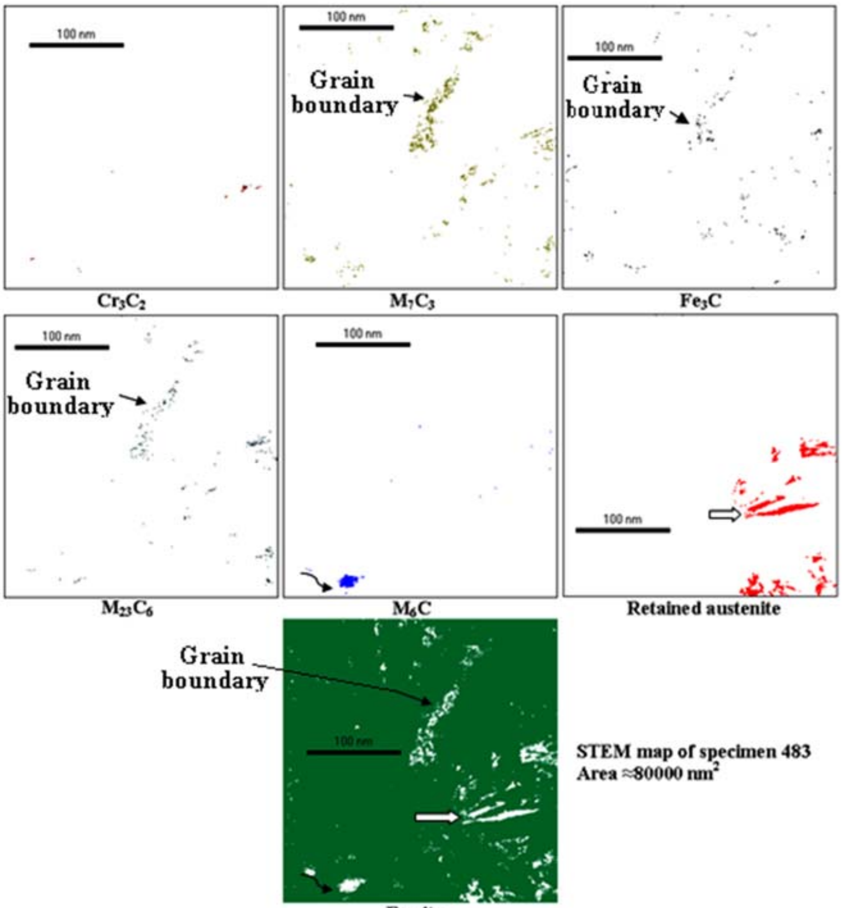
الف) آستنیت باقیمانده؛ زمینه فریت



ب) نابجایی‌ها؛ نانو ذره کاربید آهن کروی



پ) ذرات زیرمیکرون کاربید M_7C_3 تقریبا کروی



ت) نقشه پراکندگی میکروسکپ الکترونی عبوری روبشی فازها شامل کاربیدهای M_7C_3، $M_{23}C_6$، Fe_3C، Cr_3C_2، M_6C و آستنیت باقیمانده در زمینه فریت

شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری روبشی از نمونه ٤٨٣

نتیجه‌گیری

در این تحقیق از ۱۲ دسته نمونه فولاد ابزار ۱,۲٥٤۲ برای بهینه سازی خواص مکانیکی و تعیین ارتباط آن با ریزساختار در عملیات زیرصفرعمیق استفاده شد.

۱- با استفاده از عملیات زیرصفر عمیق، استحکام ۳۲ تا ۳٦ درصد، سختی ۹ تا ۱۲ درصد و چقرمگی کششی ۱۲ تا ۳٥ درصد نسبت به نمونه‌های زیرصفر نشده بطور همزمان افزایش داشت.

۲- نتایج نشان می‌دهد برای فولاد ابزار مورد تحقیق، عملیات زیرصفر مجدد برای تشکیل کاربید ثانویه در نمونه‌هایی که بیش از ۲٤ ساعت زیرصفر شده‌اند بی‌تاثیر است.

۳- در این تحقیق، شرط لازم برای افزایش چقرمگی کششی این نوع مواد، دو عامل ریزساختاری، مقدار و چگالی تعداد ذرات کاربید ثانویه شناخته شده است.

٤- برای دستیابی به چقرمگی کششی بیشتر با رعایت ملاحظات برای سرعت تولید بیشتر، نمونه ۳٦۱ یعنی ۳٦ ساعت زیرصفرعمیق و ۱ ساعت برگشت در دمای ۲۰۰ درجه سانتیگراد مناسب‌تر است.

٥- برای دستیابی به سختی بیشتر با رعایت ملاحظات برای سرعت تولید بیشتر، نمونه ۲٤۳ یعنی ۲٤ ساعت زیرصفرعمیق و ۳ ساعت برگشت در دمای ۲۰۰ درجه سانتیگراد مناسب تر است.

٦- اگرچه مطالعات تفرق اشعه ایکس بر عدم وجود

آستنیت باقیمانده صحه می‌گذارد اما هدف از اولین عملیات زیر صفر، تبدیل آستنیت‌های باقیمانده احتمالی به مارتنزیت می‌باشد که پس از عملیات برگشت، کاربید ثانویه تشکیل می‌دهد. به این ترتیب در دومین عملیات زیر صفر (عملیات زیرصفر مجدد) آستنیت باقیمانده‌ای وجود ندارد که به مارتنزیت استحاله یابد و اگر هم وجود داشته باشد پایدار بوده و لذا در استحاله (آستنیت باقیمانده به مارتنزیت) نقشی ایفا نمی‌کند. بنابراین کاربیدهای ثانویه‌ای که پس از عملیات زیرصفر مجدد (دومین عملیات زیرصفر) تشکیل می‌شوند از مکانیزم دیگری ناشی می‌شوند که دومین مکانیزم تشکیل کاربید ثانویه در فولاد ابزار مورد تحقیق نام گرفته و به این صورت بیان می‌شود: "به دلیل اختلاف در ضریب انقباض فاز کاربید اولیه با فاز زمینه، تنش به وجود می‌آید. تنش حاصله، منجر به تولید حلقه نابجایی در اطراف کاربید اولیه می‌گردد. با گذشت زمان در عملیات زیر صفر عمیق، حلقه نابجایی بزرگتر شده و اتمهای کربن و اتمهای عناصر آلیاژی بیشتری را در برمی‌گیرد (سرش یا خزش نابجایی). به هنگام برگشت، اتمهای کربن برای آراستن نابجایی‌ها به اندازه کسری از فاصله اتمی به ویژه از طریق مرزدانه‌ها، جابجا می‌شود. به این ترتیب شرایط برای تشکیل کاربید ثانویه تسهیل می‌شود. بنابراین، مقدار زیادی کاربید ثانویه یا ثالثیه در اطراف کاربید اولیه‌ای که در مرز دانه و اطراف آن قرار دارند تشکیل می‌شود یعنی چگالی تعداد ذرات کاربید ثانویه یا ثالثیه در اطراف کاربید اولیه، نسبت به سایر قسمتهای زمینه، بیشتر است.

مراجع

1. Das D., Ray K.K., Dutta A.K., “Influence of temperature of sub-zero treatments on the wear behavior of die steel”, Wear, Vol. 267, pp. 1361-1370, (2009).
2. Darwin J.D., Mohan L.D., Nagarajan G., “Optimization of cryotreatment to maximize the wear resistance of 18% Cr martensitic stainless steel by Taguchi method”, *Journal of Materials Processing Technology,* Vol. 195, pp. 241-247, (2008).
3. Li S., Deng L., Wu X., “The mechanism investigation of deep cryogenic treatment on high alloy martensitic steel by low frequency internal friction”, *Cryogenics*, Vol. 50, pp. 433–438, (2010).
4. Bensely A., Senthilkumar D., Mohan L.D., Nagarajan G., Rajadurai A., “Effect of cryogenic treatment on tensile behavior of case carburized steel 815M17”, *Materials Characterization*, Vol. 58, pp. 485-491, (2007).
5. Baldissera P., “Fatigue scatter reduction through deep cryogenic treatment on the 18NiCrMo5 carburized steel”, *Materials and Design*, Vol. 30, pp. 3636-3642, (2009).
6. Hong-xiao C.H.I., Dang-shen M.A., Qi-long Y., Li-zhi W.U., Zhan-pu Z., Yong-wei W, “Effect of cryogenic Treatment on Properties of Cr8-Type Cold Work Die Steel”, *International Journal of Iron and Steel Research,* Vol. 17, pp. 43-46, (2010).
7. Koneshlou M., Asl K.M., Khomamizadeh F., “Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical and wear behaviors of AISI H13 hot work tool steel”, *Cryogenics*, Vol. 51, pp. 55-61, (2011).
8. He Y., Yang K., Qu W., Kong F., Su G., “Strengthening and toughening of a 2800-MPa grade maraging steel”, *Material Letters*, Vol. 56, pp. 763-769, (2002).

9. Mehtedi M.E., Ricci P., Drudi L., Mohtadi S.E., Cabibbo M., Spigarelli S., "Analysis of the effect of Deep Cryogenic Treatment on the hardness and microstructure of X30 CrMoN 151 steel", *Materials and Design*, Vol. 33, pp. 136-44, (2012).

10. Das D., Ray K.K., "Structure-property correlation of sub-zero treated AISI D2 steel", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 541, pp. 45-60, (2012).

11. Wegst C.W., "Key to Steel", Wegst GMBH, Germany, pp. 125, (1989).

12. Amini K., Nategh S., Shafyei A., "Influence of different cryotreatments on tribological behavior of 80CrMo12 5 cold work tool steel", *Materials and Design*, Vol. 31, pp. 4666-4675, (2012).

13. Oppenkowski A., Weber S., Theisen W., "Evaluation of factors influencing deep cryogenic treatment that affect the properties of tool steels", *Journal of Materials Processing Technology,* Vol. 210, pp. 1949-1955, (2010).

14. Akhbarizadeh A., Golozar M.A., Shafeie A., Kholghy M., "Effects of austenizing time on wear behavior of D6 tool steel after deep cryogenic treatment", *Journal of Iron and Steel Research*, Vol. 16, pp. 29-32, (2009).

15. Farhani F., Niaki K.S., "A Programmable System for Treatment of Alloy Steels at Cryogenic Temperatures", *Advanced Materials Research*, Vol. 264-265, pp. 1240-1245, (2011).

16. BS EN 10002–1, "Metallic materials tensile testing, Part 1: method of test at ambient temperature", British Standards Institution, (2001).

17. Dieter GE., "Mechanical Behavior under tensile and compressive loads", ASM Handbook, Vol. 8, Mechanical Testing and Evaluation, Ohio: ASM international, pp. 5 and pp. 100-103, (2000).

18. Vermeulen W.G., Morris P.F., De Weijer A.P., Van Der Zwaag S., "Prediction of martensite start temperature using artificial neural networking", *Ironmaking and Steelmaking*, Vol. 23, Issue 5, pp. 433-437, (1996).

19. Cullity B.D., "Elements of X-ray Diffraction", 2nd ed.,, London, England: Addison-Wesley publishing company, pp. 555, (1978).

20. Li S., Deng L., Wu X., Wang H., Min Y., Min N., "Effect of deep cryogenic treatment on internal friction behaviors of cold work die steel and their experimental explanation by coupling model", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527, pp. 7950-7954, (2010).

21. Tyshchenko A.I., Theisen W., Oppenkowski A., Siebert S., Razumov O.N., Skoblik A.P., Sirosh V.A., Petrov Y.N., Gavriljuk V.G., "Low-temperature martensitic transformation and deep cryogenic treatment of a tool steel", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527, pp. 7027–7039, (2010).

22. Hao-huai L., Wang J., Bao-luo S., Hong-shan Y., Sheng-ji G., Si-jiu H., "Effects of deep cryogenic treatment on property of 3Cr13Mo1V1.5 high chromium cast iron", *Materials and Design*, Vol. 28, pp. 1059-1064, (2007).

23. Porter D.A., Easterling, K.E., "Phase transformation in metals and alloys", 3rd edition, Van Nostrand Reinhold Co. Ltd. (UK), England, pp.315-316, (1983).